

[19]中华人民共和国专利局

[11] 授权公告号 CN 1026241C



# [12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 91102878.1

[51]Int.Cl<sup>5</sup>

C10C 3/00

[45]授权公告日 1994年10月19日

[24]颁证日 94.9.14

[21]申请号 91102878.1

[22]申请日 91.4.19

[73]专利权人 煤炭科学研究总院合肥研究所

地址 230001安徽省合肥市宣城路19号

[72]发明人 李仁琨 孙淑和 成绍鑫

汪裕福 陈程夏

[74]专利代理机构 安徽省专利事务所

代理人 何梅生

说明书页数:

附图页数:

[54]发明名称 熔煤沥青及其制备方法

[57]摘要

本发明公开了一种熔煤沥青及其制备方法。熔煤沥青由沥青、煤粉、助剂及催化剂组成，催化剂选自三氯化铝、二氯化锌、三氯化铁、氢氧化钠四者之一，助剂选自蒽油、葱油、煤焦油三者之一。其制备方法为，将沥青加热溶化后，常压下混入煤粉及助剂、催化剂，在250~420℃下搅拌反应1~5小时。本发明由于在沥青中混入了一定量的煤粉，改善了石油沥青和煤沥青的物理化学性能，扩大了其使用范围。

## 权利要求书

1. 一种熔煤石油沥青, 特征在于其重量百分组成为:

石油沥青	60~70%
煤粉	18~30%
助剂	5~20%
催化剂	0.4~5%

所述的催化剂选自三氯化铝、三氯化锌、三氯化铁、氢氧化钠四者之一, 助剂选自苯油、葱油、煤焦油三者之一, 所述的煤粉粒度为 60~200 目。

2. 根据权利要求 1 所述的一种熔煤石油沥青, 其特征在于所述的煤粉为风化煤粉, 催化剂为氢氧化钠, 助剂为煤焦油, 熔煤石油沥青中助剂的重量含量为 5~15%, 催化剂重量含量为 1.5~2.5%。

3. 根据权利要求 1 所述的一种熔煤石油沥青, 其特征在于所述的煤粉为褐煤粉, 催化剂为三氯化铝, 助剂为苯油, 熔煤石油沥青中催化剂的重量含量为 0.8~3%, 助剂的重量含量为 12~18%。

4. 根据权利要求 1 所述的一种熔煤石油沥青, 其特征在于所述的煤粉为烟煤粉, 所述的催化剂为三氯化铝, 助剂为葱油, 熔煤石油沥青中催化剂的重量含量为 0.5~1.7%, 助剂的重量含量为 12~15%。

5. 一种熔煤石油沥青的制备方法, 其特征在于将石油沥青加热熔化后, 常压下混入煤粉、催化剂和助剂, 在 250~420℃ 下搅拌反应 1~5 小时。

6. 根据权利要求 5 所述的一种熔煤石油沥青的制备方法, 其特征在于所述的搅拌为桨翼式搅拌, 搅拌速率为 350~400 转/分。

本发明涉及一种改性沥青及其制备方法。

沥青是重要的建筑材料和化工原料, 在工业产生和民用建筑中应用非常广泛。从性能上看, 沥青必须有一定的物理性能和粘附性能。在低温条件下应有弹性和塑性, 有高温时有足够的强度和热稳定性, 在加工和使用条件下应具有抗老化能力, 还应有与各种矿料和结构表面的粘附力, 以及对应变值适应性和耐疲劳性。通常石油加工厂制备的沥青不能满足这些要求; 而煤焦油沥青, 由于它存在粘附性和抗老化性差, 污染严重等弊端, 使其

在建筑中的应用受到限制。因此, 近二十年来世界各国大力开发添加橡胶、树脂、炭黑、矿物填充剂的改性沥青, 使沥青的物理化学性能得以改善, 但是由于这些改性材料价格相对比较昂贵, 限制了其使用范围。

其次, 我国风化煤分布很广, 储量很大, 但迄今仍未得到较好的利用。

本发明的目的在于提供一种熔煤沥青及其制备方法。在沥青中混入一定量的微细煤粉, 以降低成本, 改善石油沥青和煤沥青的物理化学性能, 扩大石油沥青和煤沥青的使用范围。同时, 可以充分利用风化煤, 变废为宝。

本发明的目的是通过以下技术方案实现的。

本发明所述的熔煤沥青, 其重量百分组成为:

沥青	60~70%
煤粉	18~30%
助剂	5~20%
催化剂	0.4~5%

所述的催化剂选自三氯化铝、三氯化锌、三氯化铁、氢氧化钠四者之一, 助剂选自苯油、葱油、煤焦油三者之一, 所述的煤粉粒度为 60~200 目。

本发明所用的煤粉如为风化煤粉, 则相应的催化剂可选用氢氧化钠, 助剂选用煤焦油, 熔煤沥青中助剂的重量含量为 5~15%, 催化剂重量含量为 1.5~2.5%。

本发明所用的煤粉如为褐煤粉, 则相应的催化剂可选用三氯化铝, 助剂选用苯油, 熔煤沥青中催化剂的重量含量为 0.8~3%, 助剂的重量含量为 12~18%。

本发明所用的煤粉如为烟煤粉, 则相应的催化剂可选用三氯化铝, 助剂为葱油, 熔煤沥青中催化剂的重量含量为 0.5~1.7%, 助剂的重量含量为 12~15%。

如上所述的一种熔煤沥青的制备方法, 包括以下反应步骤: 将沥青加热熔化后, 常压下混入煤粉、催化剂和助剂, 在 250~420℃ 下搅拌反应 1~5 小时。其中, 对于风化煤粉, 褐煤粉, 烟煤粉, 其较佳的反应温度为 280~300℃, 260~275℃, 310~325℃。

本发明实施时, 可采用桨翼式搅拌, 较佳的搅拌速率为 350~400 转/分。

煤是一种混有有机杂质的大分子缩合芳香体系。将煤粉混入沥青中制备改性沥青, 发明人经过实验发现, 加热温度超过煤粉的熔点或热熔、热解温度之后, 少部分煤裂解生成焦油溶解于沥青中, 而大部分煤结构骨架则分散于溶剂化的沥青介质中, 通过族组成分析发现, 熔煤沥青和原沥青相比, 烃族组成发生了变化, 即烷烃和沥青质的含量减少, 而芳烃和胶质的组分增加。另外, 用三氯甲烷洗涤原煤和熔煤沥青, 通过电子显微镜观察原煤粒和熔煤沥青中的煤粒, 发现处理前的原煤粒表面光滑, 棱角分明, 透明度差, 而熔煤沥青中的煤粒透光性不均匀, 结构疏松, 边缘变得圆滑。由族组成分析及电子显微镜观察可知, 煤粉在热沥青中明显发生了热解和熔融作用, 说明在催化剂和助剂的作用下, 在沥青中混入一定量的煤粉, 对原沥青有改质作用, 即提质作用, 对于改善建筑、道路沥青质量, 有重要实用价值。

本发明具有以下优点, 第一, 由于在沥青中掺入了一定量煤粉, 煤的价格比沥青价格低得多, 降低了成本; 同时减少了污染, 改善了操作工人的劳动条件。第二, 由于煤粉的混入, 煤粒在沥青中部分发生了明显的热解和熔融作用, 使沥青族组成发生了变化, 起到了改善沥青品质的作用。第三, 本发明可利用风化煤, 变废为宝, 开辟了风化煤利用的新途径。

图 1 是原煤粒的电子显微镜照片 (放大 100 万倍)。

图 2 是熔煤沥青中煤粒的电子显微镜照片 (放大 100 万倍)。

以下通过实施例, 结合附图, 对本发明作进一步描述。

#### 实施例 1:

将软化点为 52.5℃、2Kg 的石油沥青加热熔化后, 混入 0.8Kg、粒度 80 目的四川南桐风化煤, 0.06Kg 的氢氧化钠和 0.3Kg 的煤焦油。常压下, 反应温度为 285~295℃, 搅拌反应 1.5 小时, 搅拌速率为 300~320 转/分, 获得产物指示为软化点 40.5℃, 针入度 125(1/10mm), 延度 40cm。

#### 实施例 2:

将软化点为 40.5℃、2Kg 的石油沥青加热熔化后, 混入 0.75Kg、粒度 60 目的山西繁峙褐煤, 0.08Kg 的二氯化锌和 0.5Kg 的萘油。常压下, 反

应温度为 265~275℃, 搅拌反应 1.2 小时, 搅拌速率为 320~330 转/分, 获得产品质量指标为: 软化点 42℃, 针入度 102(1/10mm), 延度 41cm。

#### 实施例 3:

将大同气煤 (灰分 3.7%, 水分 4.8%, 挥发分 28.21%) 磨细至 80 目, 将 2Kg、100 乙号石油沥青 (软化点 41℃, 延度 55mm, 针入度 110(1/10mm)) 加热熔化, 混入 0.8Kg 的大同气煤, 0.04Kg 的三氯化铝, 0.45Kg 的萘油。常压下, 反应温度为 310~320℃, 机械搅拌反应 2 小时, 搅拌速率为 380 转/分, 产品质量全面提高, 即软化点 51℃, 针入度 85(1/10mm), 延度 60cm。

#### 实施例 4:

将 2.1Kg、30 乙号石油沥青加热熔化, 混入 0.65Kg、80 目的大同气煤, 0.135Kg 的三氯化铁, 0.6Kg 的煤焦油。常压下, 反应温度 315~320℃, 采用桨翼式搅拌, 反应 4 小时, 搅拌速率为 360~390 转/分, 产品质量优于原 30 乙号石油沥青, 其指标对比如下:

	软化点 ℃	针入度 1/10mm	延度 cm	脆点 ℃
30 乙号 石油沥青	112	25	5	7
熔煤 石油沥青	108	30	9	10

#### 实施例 5:

将 2.1Kg、100 乙号石油沥青加热熔化, 混入 0.7Kg、60 目的山西霍县肥煤 (灰分 7.1%, 水分 1.1%, 挥发分 27%), 0.05Kg 的三氯化铁, 0.6Kg 的煤焦油。常压下, 反应温度 330~400℃, 反应 2 小时, 搅拌速率 380~400 转/分, 产品质量优于原 100 乙号沥青, 其指标对比如下:

	软化点 ℃	针入度 1/10mm	延度 cm	脆点 ℃
100 乙号 石油沥青	44	100	45	-8
熔煤 石油沥青	47	95	43	1

#### 实施例 6:

1. 将 2Kg、60 乙号石油沥青加热熔化, 混入

0.75Kg、80目的大同气煤，0.02Kg的二氧化锌，0.2Kg的蒽油，常压下，反应温度为315~325℃，采用桨翼式搅拌，反应2小时，搅拌速率380~395转/分，产物质量优于原石油沥青，其组成为（扣除其中蒽油组分）：

组成 w%	60乙号石油沥青	熔煤石油沥青
烷烃	12.12	7.01
芳烃	25.92	29.97
胶质	30.82	33.62
沥青质	31.14	29.40

原大同气煤组成为：芳烃 40.74%，胶质 39.51%，沥青质 19.75%。熔煤沥青中的芳烃，胶质含量上升，烷烃含量下降，与60乙号石油沥青差别明显。

2. 参见图1、图2。图1为原煤颗粒，图2为熔煤石油沥青中的煤粒电子显微镜照片（放大100万倍）。熔煤沥青经CHCl<sub>3</sub>彻底清洗。由图1、图2可见，处理前煤粒表面光滑，棱角分明，透明度差，而熔煤沥青中的煤粒透光不均匀，结构疏松，边棱变得圆滑。

3. 由组成分析及电子显微镜照片观察可以证明，煤粉在沥青中有热熔融作用，发生了物理、物理化学、化学反应。

#### 实施例7：

将3Kg太钢煤沥青（软化点80℃）加热熔化，加入1.2Kg、120目的大同气煤，0.03Kg的三氯化铁，和0.8Kg的煤焦油，反应温度为310~330℃，常压下反应4.5小时，采用桨翼式搅拌，搅拌速率为380转/分，产物质量优于原煤沥青。原煤沥青和熔煤沥青质量指标对比如下：

	软化点 ℃	针入度 1/10mm	延度 cm	脆点 ℃
煤沥青	80	33	12	-8.5
熔煤 沥青	90	35	15	-11.3

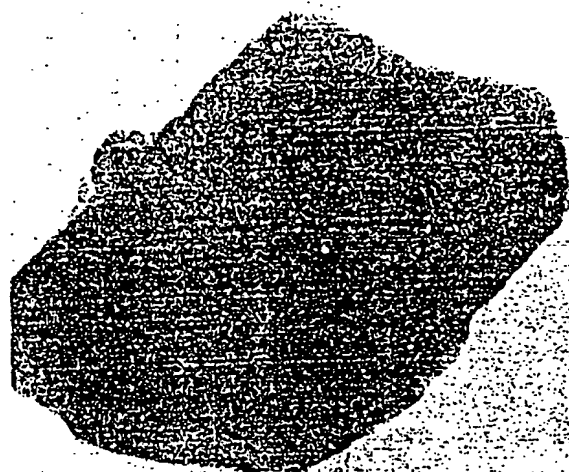


图 1

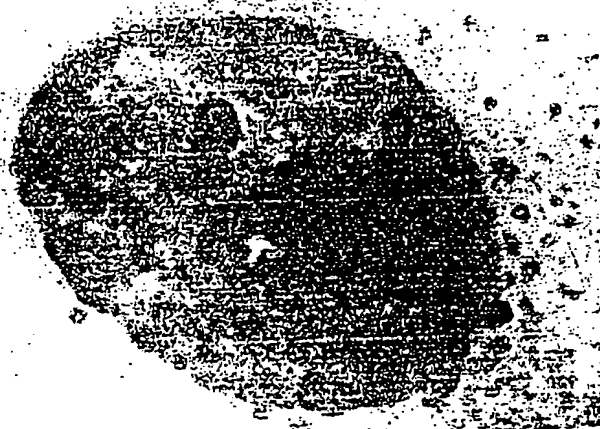


图 2

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**